

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号
特開2000-109905
(P2000-109905A)

(43)公開日 平成12年4月18日(2000.4.18)

(51)Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テマコード* (参考)
B 2 2 F 3/20		B 2 2 F 3/20	B C

審査請求 有 請求項の数 2 O L (全 4 頁)

(21)出願番号 特願平11-317695
(62)分割の表示 特願平6-112280の分割
(22)出願日 平成6年4月27日(1994.4.27)

(71)出願人 000180070
山陽特殊製鋼株式会社
兵庫県姫路市飾磨区中島字一文字3007番地
(72)発明者 村瀬 彰
兵庫県姫路市飾磨区中島字一文字3007番地
山陽特殊製鋼株式会社内
(72)発明者 江島 優
兵庫県姫路市飾磨区中島字一文字3007番地
山陽特殊製鋼株式会社内
(74)代理人 100101085
弁理士 横井 健至

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 低酸素金属粉末製品の製造方法

(57)【要約】

【目的】 複雑な設備を要せず、工程が簡単で、実用的で、かつコスト的に安価な低酸素の粉末高速度工具鋼や合金工具鋼の棒管状製品の製造方法を提供することにある。

【構成】 炭素を含有する金属アトマイズ粉末を押し出しカプセルに充填率85%以下になるように充填するとともに、該押し出しカプセル内に酸素やCO、CO₂、H₂O等の酸化ガス中の酸素と親和力が強く、酸素を不可逆的に吸収し、かつ、融点が1000℃以上であるTa、Ti、Zr、Hf、Se、Y等の金属やこれらの合金の1種又は2種以上を装入し、室温でカプセル内を10⁻¹atm以下に減圧して密封した後、該カプセルを1000℃以上に徐加熱して一定時間保持した後、熱間押出しすることによる低酸素金属粉末製品の製造方法。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 炭素を含有する金属アトマイズ粉末を押出しカプセルに充填率85%以下になるように充填するとともに、該押出しカプセル内に酸素やCO、CO₂、H₂O等の酸化ガス中の酸素と親和力が強く、酸素を不可逆的に吸収し、かつ、融点が1000℃以上であるTa、Ti、Zr、Hf、Se、Y等の金属やこれらの合金の1種又は2種以上を装入し、室温でカプセル内を10⁻¹atm以下に減圧して密封した後、該カプセルを1000℃以上

に徐加熱して一定時間保持した後、熱間押出しすることを特徴とする低酸素金属粉末製品の製造方法。

【請求項2】 炭素を含有する金属アトマイズ粉末を押出しカプセルに充填率85%以下になるように充填するとともに、該押出しカプセル内に酸素やCO、CO₂、H₂O等の酸化ガス中の酸素と親和力が強く、酸素を不可逆的に吸収し、かつ、融点が1000℃以上であるTa、Ti、Zr、Hf、Se、Y等の金属やこれらの合金の1種又は2種以上を装入し、500℃以下の低温域でカプセル内を10⁻¹atm以下に脱気し、密封した後、該カプセルを1000℃以上に徐加熱して5MPa以下の低加圧又は無加圧で一定時間保持した後、熱間静水圧プレスを行い、次いで熱間鍛造することを特徴とする低酸素金属粉末製品の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、低酸素金属粉末製品の製造方法に関し、特に低酸素の高速度工具鋼や合金工具鋼の棒管材等の製造に好適な製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】高速度工具鋼や合金工具鋼は多くの元素が添加されているため、溶製法による製造ではインゴットに偏析が起こりやすく均一な炭化物粒度で微細均一な組成を得ることは困難である。しかし、粉末法ではバルクとしての粉末に殆ど偏析がないので、これを固めて焼結すれば、偏析を少なくかつ結晶粒を微細にでき、さらに炭化物を微細にかつ均一に分散させることができ、したがって靱性が高く、かつ、切削性の良好な鋼を製造することが可能である。

【0003】しかし、従来の粉末法による高速度鋼の製造では、アトマイズ法により得られた粉末を熱間静水圧プレス（HIP）で加圧焼結したのち鍛造または押出しにより製品とするか、あるいは、冷間静水圧プレス（CIP）により加圧して充填率を上げておいてから加熱してのち鍛造または押出しして製品とするので、粉末製造工程において粉末表面が酸化され製品自体の酸素含有量が高くなり、製品の抗折力等の靱性が低くなる問題があった。

【0004】上記の問題点を解決するものとして、アトマイズ粉末を高温下で真空に引いて脱気して酸素量を下

げて熱間鍛造する方法が、特開平2-138403号公報に提案されている。該公報に記載の方法では真空雰囲気に近い高温雰囲気中で脱気されるため、鋼粉末中のCとOが反応して自己還元作用が促進され、製品中の酸素濃度を低くすることができると思われる。

【0005】しかし、この方法においても、高温で真空に脱気するため複雑な設備がかかりかつ工程が複雑であり、しかも上記の真空還元するのに時間を要するためコストが高くなり実用性になお問題があった。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】本発明が解決しようとする課題は、上記のような従来技術の問題点を解消することにより、複雑な設備を必要とすることなく、工程が簡単で、実用的で、かつコスト的に安価な低酸素の粉末高速度工具鋼や合金工具鋼の棒管状製品の製造方法を提供することにある。

【0007】

【課題を解決するための手段】上記の課題を解決するための、本発明における低酸素金属粉末製品の製造方法は、1）炭素を含有する金属アトマイズ粉末を押出しカプセルに充填率85%以下になるように充填するとともに、該押出しカプセル内に酸素やCO、CO₂、H₂O等の酸化ガス中の酸素と親和力が強く、酸素を不可逆的に吸収し、かつ、融点が1000℃以上であるTa、Ti、Zr、Hf、Se、Y等の金属やこれらの合金の1種又は2種以上を装入し、室温でカプセル内を10⁻¹atm以下に減圧して密封した後、該カプセルを1000℃以上に徐加熱して一定時間保持した後、熱間押出しすること、2）炭素を含有する金属アトマイズ粉末を押出しカプセルに充填率85%以下になるように充填するとともに、該押出しカプセル内に酸素やCO、CO₂、H₂O等の酸化ガス中の酸素と親和力が強く、酸素を不可逆的に吸収し、かつ、融点が1000℃以上であるTa、Ti、Zr、Hf、Se、Y等の金属やこれらの合金の1種又は2種以上を装入し、500℃以下の低温域でカプセル内を10⁻¹atm以下に脱気して密封した後、該カプセルを1000℃以上に徐加熱して5MPa以下の低加圧又は無加圧で一定時間保持した後、熱間静水圧プレスを行い次いで、熱間鍛造することからなる。

【0008】本発明は、酸素還元に必要な充分量の炭素を含有する場合はその炭素を含有するアトマイズ金属粉末を、カプセル内に充填率85%以下になるように充填し、さらに該押出しカプセル内に酸素やCO、CO₂、H₂O等の酸化ガス中の酸素と親和力が強く、酸素を不可逆的に吸収し、かつ、融点が1000℃以上であるTa、Ti、Zr、Hf、Se、Y等の金属やこれらの合金の1種又は2種以上を装入する。次いで、1000℃以上の温度に徐加熱し、一定時間保持することによりカプセル内の金属粉末表面の炭化物を均一に還元する。カプセル内の粉末の充填率は85%以下にすること

により、アトマイズ金属粉末にはフリー界面が多く残存し、粉末中の炭素による酸素の還元作用がより効果的に促進される。さらに、カプセルは 10^{-1} atm以下に減圧されているので、カプセル中の酸素の量もその分だけ少なく、低酸素の粉末製品が得られる。

【0009】さらに、還元された酸化ガス中の酸素をカプセル内に装入したTi、Ta等の金属により反応吸着させることにより、昇温時の酸化反応が抑制されることにより、より安定した低酸素の粉末製品が得られる。 *

供試材の化学成分

No	C	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	V	W	Co	O
1	1.30	0.30	0.40	0.33	4.20	4.95	3.00	5.90	0.20	85
2	1.31	0.25	0.35	0.25	4.00	5.00	3.10	6.05	8.05	90
3	2.30	0.35	0.34	0.28	4.10	7.05	6.50	6.50	10.10	100
4	0.40	0.90	0.40	0.15	5.50	1.20	0.55	0.03	0.03	110
5	1.42	0.25	0.40	0.15	11.20	0.85	0.20	0.02	0.02	95
6	0.98	0.28	0.34	0.21	16.30	0.40	0.07	0.06	0.01	80

(%、ただしOはppm)

【0012】次いで、500℃以下の低温域で脱気し、密封した後、このカプセルを1000℃以上の成分に応じた適宜の高温に徐加熱昇温し、粉末中の炭素による還元反応を進行させて脱酸するために該温度に一定時間保持したのち、さらに成分に応じた熱間押し最適温度に一定時間保持したのち熱間押し加工を行うか、あるいは、1000℃以上に徐加熱し、5MPa以下の低加圧状態で成分に応じた最適熱間静水圧プレス温度に一定時間保持したのち昇温し、通常の熱間静水圧プレス後、鍛造により成形加工を行った。これらの加熱保持温度、保持時間、熱間押し加工条件あるいは熱間静水圧プレス加工条件、および得られた製品の酸素含有量を表2及び※

* 【0010】

【実施例】本発明の実施例として、表1に記載の化学成分の、平均粒径 $100\mu\text{m}$ のガスアトマイズ金属粉末を軟鋼板製の直径150mm、高さ680mmの円筒カプセルに表2及び表3に示す充填率で充填し、かつ、このカプセル内にさらにTiを400g装入し、溶接により仮封して室温で脱気したのち密封した。

【0011】

【表1】

※表3に示す。

【0013】従来法として、上記と同様に平均粒径 $100\mu\text{m}$ のガスアトマイズ金属粉末を軟鋼板製の直径150mm、高さ680mmの円筒カプセルに充填したのち、冷間静水圧プレスにより加圧成形して得たビレットを所定の温度に加熱したのち熱間押し加工して製品としたもの、および、加圧しつつ昇温して所定の温度で熱間静水圧プレスしたのち鍛造加工により製品としたものの、酸素量を表2及び表3に示す。

【0014】

【表2】

供試材 (No)	本 発 明 法							従来法
	熱 間 押 出 し 法							熱間押出法
	充填率 (%)	カプセル真空 度(atm)	昇温時 間(hr)	加熱温 度(℃)	保持時 間(hr)	残留 O_2 (ppm)		残留 O_2 (ppm)
						吸着金属装入 外周	中心	
1	80	$\leq 10^{-1}$	3	1200	2	30	25	80
2	75	"	3.5	1200	2.5	30	30	90
3	70	"	3.5	1100	2.5	25	20	90
4	75	"	3	1200	2	30	25	100
5	70	"	3	1150	2	35	40	90
6	65	"	3	1220	2	35	30	90

【0015】

★ ★ 【表3】

供試材 (No)	本 発 明 法							従来法
	熱 間 静 水 圧 プ レ ス 法							熱間静水圧 プレス法
	充填率 (%)	カプセル真空 度(atm)	昇温時 間(hr)	加熱温 度(℃)	保持時 間(hr)	残留O ₂ (ppm)		
						吸着金属装入		
						外周	中心	残留O ₂ (ppm)
1	75	≤10 ⁻¹	4	1100	2	75	30	90
2	75	〃	〃	1000	〃	25	25	100
3	65	〃	〃	1000	〃	25	30	100
4	80	〃	〃	1150	〃	40	25	110
5	70	〃	〃	1100	〃	40	40	100
6	70	〃	〃	1150	〃	30	35	90

【0016】表2及び表3からわかるように、従来法による製品は酸素含有量が80～110ppmと高く、これは表1の出発原料中の酸素含有量と殆ど同じである。これに対し、本発明の製品の中心部における酸素含有量は20～40ppmであり、外周部においても75ppm以下と極めて低酸素の製品が短時間で得られることがわかる。なお、Ti以外のTa、Zr等の金属又は合金を装入した場合においても同様の効果が確認されている。

【0017】

【発明の効果】以上説明したように、本発明は、還元に必要な量の炭素を含有するアトマイズ金属粉末を、押出しカプセルに充填率85%以下になるように充填すると共に、この押出しカプセルに酸素やCO、CO₂、H₂O等の酸化ガス中の酸素と親和力が強く、酸素を不可逆的*

*に吸収し、かつ、融点が1000℃以上であるTa、Ti、Zr、Hf、Se、Y等の金属やこれらの合金の1種又は2種以上を装入することにより、アトマイズ金属粉末にフリー界面を出来るだけ多く残存させ、さらに、カプセル内を10⁻¹atm以下に減圧して酸素量を少なくしているのので、加熱保持するだけで粉末中の炭素による酸素の還元作用をより効果的に進行でき従来法に比してより低酸素の粉末製品が得られる。

20 【0018】またTi等の酸化ガス中の酸素と親和力が強く、酸素を不可逆的に吸収する金属又は合金をカプセル内に装入しているのので、さらに、外～内周まで均一にバラツキの小さい低酸素の粉末製品を得ることができ

フロントページの続き

(72)発明者 山名 幹也
兵庫県姫路市飾磨区中島字一文字3007番地
山陽特殊製鋼株式会社内

(72)発明者 阿部 源隆
兵庫県姫路市飾磨区中島字一文字3007番地
山陽特殊製鋼株式会社内